# SIM/Scan 同時取り込みモードを用いる GC/MS による水質規制農薬 79 成分の分析

＜要旨＞　SIM/Scan 同時取り込みモードにより、水質規制農薬 79 成分の SIM による定量及び Scan データを用いる 926 化合物（農薬及び環境ホルモン）のデータベースを利用するスクリーニング分析が可能です。そのスクリーニング分析により、化合物を網羅的にモニタリングすることが可能で、危機管理等にも十分対応することができると考えられます。

*Key Words*: SIM/Scan 同時取り込み、水質規制農薬、デコンボリューション、データベース、AMDIS、DRS、危機管理

＊＊＊＊＊＊＊

## 1. はじめに

平成 15 年に水質基準が改正され、農薬類は総農薬方式で評価されるようになりました。対象農薬は 101 成分にまで広がり、GC/MS で測定可能な農薬は 73 成分、そのうち、誘導体化なしで固相抽出-GC/MS で測定可能な農薬は 68 成分になります。さらに平成 19 年の改正により、有機リン系農薬のイソキサチオン、ダイアジノン、フェニトロチオン、EPN、イソフェンホス、クロルピリホス、トルクロホスメチル、ブタミホス及びマラソンについては、オキソン体も測定することになりました。

本アプリケーションノートでは、それらのオキソン体を含めた農薬について SIM/Scan 同時取り込みモードを用いて検討を行いましたので報告します。

## 2. 測定条件

装置: Agilent 7890 GC/5975C MSD with 7683 ALS
カラム　　: HP-5MSi 30m, 0.25mm, 0.25µm
注入量　　: 4µl
注入法　　: パルスドスプリットレス
パルス圧　　: 30psi 1min
パージオフ時間: 1min
注入口温度　　: 250℃
オーブン　　: 70℃(2min)-25℃/min-150℃(0min)-3℃/min-200℃(0min)-8℃/min-280℃(10min)
カラム流量　　: 2.1ml/min at 19.172psi（定圧力モード、リテンションタイムロッキング使用、chlorpyrifos methyl = 16.593min）
インターフェース温度: 280℃
イオン源温度　　: 230℃
チューニング　　: オートチューン（EM 値 +200V）
SIM/Scan 同時取り込み: 質量範囲, m/z 35-550（サンプリングレート　2^2）; SIM 用のイオン, Table 1 参照

## 3. 結果

全ての農薬について、SIM の設定を行いました。Fig.1 に、標準溶液 50ppb（ng/ml）の SIM/Scan クロマトグラムを示しました。Table 1 に、標準溶液 5ppb（ng/ml）の面積値の繰り返し再現性（n=6、内標補正なし）を示しました。濃度 5ppb では、全ての農薬の検出ができました。固相抽出で 500 倍濃縮とすると、試料換算で 10ng/l（ppt）になります。パルスドスプリットレスを用いることで、トリクロルホンの RSD は 3.9%でした。プロピコナゾール 1、2 は感度が低く、RSD でそれぞれ 9.0、13.7%でした。オキソン体のダイアジノンオキソン、トリクロホスーメチルオキソン、フェニトロチオンオキソン、マラオキソン、クロルピリホスオキソン、イソフェンホスオキソン、ブタミホスオキソン、イソキサチオンオキソン、EPN オキソンは、良好な感度が得られ、RSD は概ね 10%以内でした（イソキサチオンオキソンは、14.4%）。SIM/Scan の Scan データを NIST AMDIS を活用したデコンボリューションレポーティングソフトウェア（DRS）によるスクリーニングに用いることができます（詳細は、アプリケーションノート MS-200711-003 参照）。

## 4. まとめ

オキソン体を含めた農薬 79 成分において良好な結果が得られました。DRS は、データベース（マススペクトル及びロッキングしたリテンションタイム）利用により短時間（約 2 分）で自動処理ができるため、スクリーニング分析には有用であり、危機管理の一つとして用いることができます。SIM/Scan 同時取り込みモードは、SIM による高感度な定量分析と DRS によるより多くの成分のスクリーニング分析を 1 回の測定で可能にします。

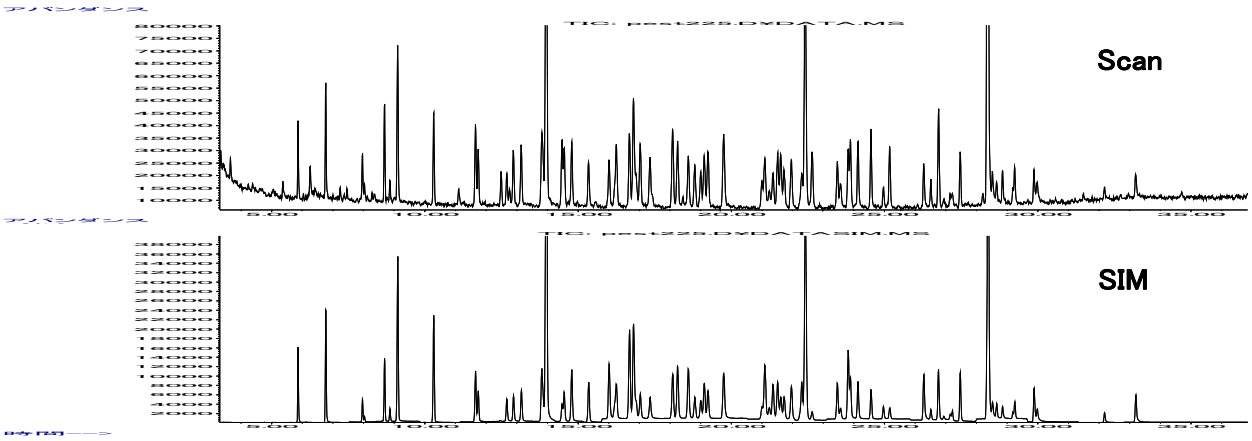


Fig.1 標準溶液 50ppb の SIM/Scan クロマトグラム

Table 1 RT、T イオン、Q イオン及び標準溶液 5ppb の面積値の繰り返し再現性（n=6）
（内部標準物質の濃度は、200ppb）

| # | Compound | RT | T-ion | Q-ion | RSD(%) at 5ppb |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | Anthracene-d10 | 13.96 | 188 | 184 | 1.2 |
| 2 | Dichlorvos | 5.86 | 109 | 185 | 0.6 |
| 3 | Dichlobenil | 6.76 | 171 | 173 | 0.7 |
| 4 | Etridiazole | 7.96 | 211 | 183 | 3.7 |
| 5 | Trichlorfon | 8.02 | 109 | 145 | 3.9 |
| 6 | Chloroneb | 8.68 | 191 | 193 | 1.6 |
| 7 | Molinate | 9.11 | 126 | 187 | 1.3 |
| 8 | Isoprocarb | 9.12 | 121 | 136 | 1.2 |
| 9 | Fenobucarb | 10.29 | 121 | 150 | 0.4 |
| 10 | Trifluralin | 11.66 | 306 | 264 | 3.1 |
| 11 | Pencycuron | 11.65 | 180 | 125 | 6.3 |
| 12 | Benfluralin | 11.74 | 292 | 264 | 2.3 |
| 13 | Dimethoate | 12.67 | 87 | 125 | 7.8 |
| 14 | Simazine | 12.89 | 201 | 186 | 3.0 |
| 15 | Atrazine | 13.15 | 200 | 215 | 2.7 |
| 16 | Pyroquilon | 13.82 | 130 | 173 | 2.2 |
| 17 | Diazinon-oxon | 13.85 | 273 | 288 | 6.4 |
| 18 | Propyzamide | 13.94 | 175 | 173 | 3.0 |
| 19 | Diazinon | 14.48 | 179 | 304 | 3.8 |
| 20 | Disulfoton | 14.54 | 88 | 186 | 4.2 |
| 21 | Chlorothalonil | 14.79 | 266 | 264 | 1.7 |
| 22 | Iprobenfos | 15.34 | 204 | 91 | 7.8 |
| 23 | Tolclofos-methyl-oxon | 16.01 | 249 | 251 | 1.8 |
| 24 | Fenitrothion-oxon | 16.19 | 244 | 109 | 2.9 |
| 25 | Bromobutide | 16.24 | 119 | 232 | 2.8 |
| 26 | Terbucarb | 16.68 | 205 | 220 | 2.8 |
| 27 | Tolclofos-methyl | 16.80 | 265 | 267 | 1.9 |
| 28 | Simetryn | 16.82 | 213 | 170 | 3.6 |
| 29 | Malaoxon | 16.89 | 127 | 268 | 7.0 |
| 30 | Alachlor | 17.03 | 160 | 188 | 4.0 |
| 31 | Metalaxyl | 17.35 | 206 | 249 | 5.7 |
| 32 | 9-Bromoanthracene | 22.41 | 256 | 258 | 1.5 |
| 33 | Fenitrothion | 18.08 | 277 | 125 | 6.1 |
| 34 | Dithiopyr | 18.10 | 354 | 286 | 0.9 |
| 35 | Esprocarb | 18.24 | 91 | 222 | 1.6 |
| 36 | Benthiocarb | 18.60 | 100 | 257 | 4.8 |
| 37 | Malathion | 18.81 | 173 | 125 | 3.9 |
| 38 | Chlorpyrifos-oxon | 19.01 | 270 | 298 | 3.2 |
| 39 | Fenthion | 19.12 | 278 | 125 | 2.5 |
| 40 | Chlorpyrifos | 19.24 | 197 | 314 | 7.6 |
| 41 | Phthalide | 19.76 | 243 | 272 | 3.4 |
| 42 | Isofenphos-oxon | 19.75 | 229 | 201 | 3.3 |
| 43 | Pendimethalin | 21.00 | 252 | 281 | 3.9 |
| 44 | Dimethametryn | 21.09 | 212 | 213 | 3.7 |
| 45 | Captan | 21.24 | 79 | 149 | 3.2 |
| 46 | Methyldymron | 21.36 | 107 | 119 | 5.0 |
| 47 | Dimepiperate | 21.51 | 145 | 119 | 6.3 |
| 48 | Isophenphos | 21.61 | 213 | 255 | 6.2 |
| 49 | Phenthoate | 21.72 | 274 | 246 | 4.8 |
| 50 | Procymidone | 21.96 | 96 | 283 | 2.2 |

| # | Compound | RT | T-ion | Q-ion | RSD(%) at 5ppb |
|---|---|---|---|---|---|
| 51 | Methidathion | 22.30 | 145 | 85 | 2.5 |
| 52 | Butamifos-oxon | 22.29 | 244 | 216 | 3.7 |
| 53 | a-Endosulfan | 22.64 | 195 | 241 | 7.7 |
| 54 | Napropamide | 23.46 | 128 | 72 | 5.6 |
| 55 | Butamifos | 23.57 | 286 | 200 | 9.4 |
| 56 | Flutolanil | 23.81 | 173 | 145 | 2.9 |
| 57 | Isoprothiolane | 23.89 | 118 | 162 | 4.5 |
| 58 | Isoxathion-oxon | 23.88 | 161 | 105 | 14.4 |
| 59 | Pretilachlor | 24.13 | 162 | 238 | 2.1 |
| 60 | Buprofezin | 24.56 | 105 | 172 | 3.3 |
| 61 | Isoxathion | 24.96 | 105 | 177 | 6.7 |
| 62 | b-Endosulfan | 25.17 | 195 | 237 | 11.1 |
| 63 | Chrysene-d12 | 28.38 | 240 | 236 | 2.3 |
| 64 | Mepronil | 26.29 | 119 | 269 | 5.5 |
| 65 | Chlornitrofen | 26.51 | 317 | 319 | 7.3 |
| 66 | Edifenphos | 26.75 | 109 | 310 | 6.0 |
| 67 | Endosulfan sulfate | 26.77 | 272 | 387 | 3.1 |
| 68 | Propiconazole 1 | 26.93 | 259 | 173 | 9.0 |
| 69 | Propiconazole 2 | 27.14 | 259 | 173 | 13.7 |
| 70 | EPN-oxon | 27.22 | 141 | 306 | 7.9 |
| 71 | Thenylchlor | 27.47 | 127 | 288 | 2.9 |
| 72 | Pyributicarb | 28.34 | 165 | 108 | 3.1 |
| 73 | Iprodione | 28.41 | 316 | 314 | 8.2 |
| 74 | Pyridaphenthion | 28.52 | 340 | 188 | 7.4 |
| 75 | EPN | 28.66 | 157 | 169 | 3.8 |
| 76 | Piperophos | 28.85 | 320 | 140 | 5.1 |
| 77 | Bifenox | 29.19 | 341 | 343 | 13.6 |
| 78 | Anilofos | 29.25 | 226 | 125 | 11.0 |
| 79 | Pyriproxyfen | 29.88 | 226 | 136 | 8.8 |
| 80 | Mefenacet | 29.99 | 192 | 120 | 5.0 |
| 81 | Cafenstrole | 32.18 | 100 | 188 | 4.3 |
| 82 | Ethofenprox | 33.20 | 163 | 135 | 1.8 |

【GCMS-200803NK-001】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies